

No English title available.

Patent Number: DE19854637

Publication date: 2000-05-31

Inventor(s): BENFER REGINA (DE); BERG STEFAN (DE); MUELLER JOERN (DE); SCHULZ RALF (DE); NILLES MICHAEL (DE); STUETZER DIETER (DE); ZEHNER PETER (DE)

Applicant(s): BASF AG (DE)

Requested Patent: ☐ DE19854637

Application Number: DE19981054637 19981126

Priority Number (s): DE19981054637 19981126

IPC Classification: B01J10/00; B01J14/00; B01J8/00; B01J19/26

EC Classification: B01J19/00D2, B01J8/22D2, B01J8/22D4, B01J10/00F, B01J10/00H, B01J10/00J, B01J19/24J2, B01J19/24J4, C07C45/72Equivalents: ☐ EP1140349 (WO0030743), B1, JP2002530189T, ☐ WO0030743

Abstract

The invention relates to a vertical cylinder reactor (1) for carrying out gas-liquid, liquid-liquid or gas-liquid-solid chemical reactions. Said reactor comprises a nozzle (2) which is arranged in the upper portion of the reactor and which is directed downwards and by way of which the educts and the reaction mixture are supplied. The reactor further comprises a discharge (3), preferably in the lower portion of the reactor, through which the reaction mixture can be re-fed to the nozzle (2) via an exterior circuit by way of a pump (P). A concentric guide tube is arranged in the reactor which substantially extends across the entire length of the reactor (1) except the reactor ends. Said guide tube has a cross-sectional area in the range of a tenth to half of the cross-sectional area of the reactor (1). The nozzle is arranged above the upper end of the guide tube (4), preferably in a distance of an eighth to a full cross-sectional area of the guide tube or it dips into the guide tube (4) in a depth of up to several cross-sectional areas of the guide tube. A heat exchanger is integrated into the annulus, especially a heat exchanger with heat exchanger tubes (6) welded between bottoms (6). Said tubes are preferably arranged parallel to the guide tube.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ Off nlegungsschrift
⑩ DE 198 54 637 A 1

⑤ Int. Cl.7:
B 01 J 10/00
B 01 J 14/00
B 01 J 8/00
B 01 J 19/26

②1 Aktenzeichen: 198 54 637.8
②2 Anmeldetag: 26. 11. 1998
④3 Offenlegungstag: 31. 5. 2000

DE 198 54 637 A 1

⑦1 Anmelder:
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑦4 Vertreter:
Patent- und Rechtsanwälte Bardehle, Pagenberg,
Dost, Altenburg, Geissler, Isenbruck, 68165
Mannheim

⑦2 Erfinder:
Berg, Stefan, Dr., 67227 Frankenthal, DE; Zehner,
Peter, Dr., 67071 Ludwigshafen, DE; Benfer, Regina,
Dr., 67122 Altrip, DE; Müller, Jörn, 67071
Ludwigshafen, DE; Nilles, Michael, Dr., 67061
Ludwigshafen, DE; Schulz, Ralf, Dr., 67346 Speyer,
DE; Stützer, Dieter, Dr., 67373 Dudenhofen, DE

⑤⑤ Entgegenhaltungen:

DE 34 45 904 A1
DE 32 06 661 A1
DE-OS 14 42 821
GB 22 22 098 A
GB 11 33 483

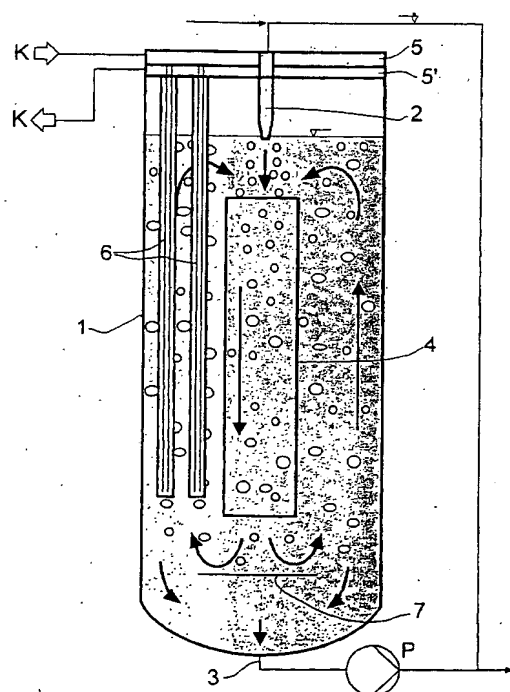
Altensen, R. u.a.: Strahlgetriebener Schlaufenreak-
tor. In: Bioforum 1993, H.1-2, S.18-22;

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Reaktor zur kontinuierlichen Durchführung von Gas-Flüssig-, Flüssig-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen

⑤7 Es wird ein Reaktor (1) in hochzylindrischer Bauform zur kontinuierlichen Durchführung von Gas-Flüssig-, Flüssig-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen mit einer im oberen Reaktorbereich angeordneten, nach unten gerichteten Strahldüse (2), über die Edukte und das Reaktionsgemisch zugeführt werden sowie mit einem Abzug (3) bevorzugt im unteren Reaktorbereich, über den das Reaktionsgemisch in einem äußeren Kreislauf mittels einer Pumpe (P) der Strahldüse (2) erneut zugeführt wird, vorgeschlagen, wobei im Reaktor ein konzentrisches Leitrohr angeordnet ist, das sich im wesentlichen über die gesamte Länge des Reaktors (1) mit Ausnahme der Reaktorenden erstreckt und eine Querschnittsfläche im Bereich von einem Zehntel bis zur Hälfte der Querschnittsfläche des Reaktors (1) aufweist, und wobei die Strahldüse oberhalb des oberen Endes des Leitrohrs (4), bevorzugt um ein Achtel des Leitrohrdurchmessers bis zu einem Leitrohrdurchmesser beabstandet, angeordnet ist, oder in das Leitrohr (4), in eine Tiefe bis zu mehreren Leitrohrdurchmessern, eintaucht.



DE 198 54 637 A 1

6A 36 156-61-286

Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen Reaktor zur kontinuierlichen Durchführung von Gas-Flüssig-, Flüssig-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen, ein Verfahren sowie eine Verwendung.

In vielen chemischen Verfahren sind der Gas-Flüssigkeits-Stoffübergang und die Wärmeabfuhrleistung die geschwindigkeitsbestimmenden Schritte. Zur Verbesserung des Stoffübergangs an der Phasengrenzfläche wurde für derartige Reaktionen die Verwendung von Ejektoren vorgeschlagen, d. h. von Vorrichtungen, die die kinetische Energie eines Flüssigkeitsstrahls hoher Geschwindigkeit zum Ansaugen und Dispergieren der Gasphase nutzen. Durch den hohen Energieeintrag wird im Ejektor eine hohe Turbulenz und eine große Scherkraft erzeugt mit der Folge, daß das Gas in Form sehr kleiner Bläschen dispergiert wird, d. h. daß eine sehr hohe volumenspezifische Gas-Flüssigkeits-Grenzfläche erzeugt wird. In der Literatur werden für die volumenspezifische Phasengrenzflächen Werte von 40.000 bis 70.000 m²/m³ im Ejektor beschrieben gegenüber 500 bis 2.500 im gesamten System, d. h. außerhalb des Ejektors (vgl. Chem. Eng. Sci. Vol. 47, No. 13/14 pp. 3557 ff, 1992).

Vorrichtungen zur Durchführung von Gas-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen unter Verwendung von Ejektoren sind als Loop-Venturi-Reaktoren bekannt und beispielsweise in DE-A-43 23 687 in Verbindung mit einem kontinuierlichen Verfahren zur Herstellung von aromatischen Di- und Polyaminen durch katalytische Hydrierung der entsprechenden Polynitroverbindungen beschrieben. An einem Ende des Loop-Venturi-Reaktors befindet sich der Ejektor, d. h. eine Zweistoff-Strahldüse mit fest angeordnetem Impulsaustauschrohr und Diffusor, worin flüssiges Umpumpgemisch und gasförmige Reaktanden (Wasserstoff) in Kontakt gebracht werden. Der Ejektor taucht zu einem gewissen Anteil seiner Baulänge durch den Gas-Flüssig-Phasentrennspegel in die Flüssigkeit ein. Im Ejektor selbst ist die Gasdispergierleistung hoch, nicht jedoch im übrigen Reaktorvolumen, das bezüglich des Strömungs- und Verweilzeitverhaltens reine Blasensäulencharakteristik aufweist. In diesem Reaktorvolumen außerhalb des Ejektors halten regellose klein- und großräumige Wirbel mit vergleichsweise geringer Stoffübergangsleistung den Katalysator in suspendiertem Zustand. Der Gasgehalt im Reaktor stellt sich überwiegend aufgrund der Stoffeigenschaften, in geringem Maße auch aufgrund der Anfangsdispergierung ein. Die freiwerdende Reaktionswärme wird über einen externen Wärmetauscher im Umpumpkreislauf abgeführt.

In EP-A-263 935 werden Rührkesselreaktoren für die Durchführung stark exothermer Reaktionen beschrieben, wobei die freiwerdende Wärme über Fieldrohr-Wärmetauscher am Ort ihrer Entstehung abgeführt wird. Fieldrohr-Wärmetauscher bezeichnen in bekannter Weise Wärmetauscher, die ein Bündel paralleler Doppelmantelrohre aufweisen, wobei die in den Reaktorraum ragenden Enden der Außenrohre geschlossen und die entsprechenden Enden der Innenrohre offen sind, dergestalt, daß der Wärmeträger über einen außerhalb des Reaktorraums angeordneten Zuführraum in die Innenrohre einströmt und über den Raum zwischen Innen- und Außenrohren sowie einen Abfuhrraum ausströmt. Sie sind durch ein hohes Verhältnis von Wärmetauscherfläche zu Volumen des Reaktionsraumes gekennzeichnet und sind somit besonders effektiv für die Abfuhr der freiwerdenden Reaktionswärme. Das beschriebene Verfahren hat jedoch den Nachteil, daß die Phasendurchmischung nicht sichergestellt ist, mit der Folge, daß verstärkt unkontrollierbare Nebenreaktionen unter Ausbeuteverminderung ablaufen und daß sich die Kühlflächen mit harzarti-

gen Verbindungen und/oder Katalysatoranteilen belegen.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, einen Reaktor für Gas-Flüssig-, Flüssig-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen zur Verfügung zu stellen, der eine intensive Phasendurchmischung im gesamten Reaktionsvolumen und somit eine erhöhte Wirtschaftlichkeit und eine verbesserte Raum-Zeit-Ausbeute sicherstellt.

In einer Ausgestaltung ist es Aufgabe der Erfindung, eine weitgehende Isothermie des Reaktors zu gewährleisten, d. h. einen sehr kleinen Temperaturgradienten über die Reaktorhöhe.

Weiterhin ist es Aufgabe der Erfindung, ein kontinuierliches Verfahren für Gas-Flüssig-, Flüssig-Flüssig- oder Gas-Fest-Reaktionen unter Verwendung eines erfindungsgemäßen Reaktors bereitzustellen.

Die Lösung geht aus von einem Reaktor für Gas-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen in hochzylindrischer Bauform mit einer im oberen Reaktorbereich angeordneten, nach unten gerichteten Strahldüse, über die die Edukte und das Reaktionsgemisch zugeführt werden sowie mit einem Abzug bevorzugt im unteren Reaktorbereich, über den das Reaktionsgemisch in einem äußeren Kreislauf mittels einer Pumpe der Strahldüse erneut zugeführt wird.

Die Erfindung ist dann dadurch gekennzeichnet, daß im Reaktor ein konzentrisches Leitrohr angeordnet ist, das sich im wesentlichen über die gesamte Länge des Reaktors mit Ausnahme der Reaktorenden erstreckt und eine Querschnittsfläche im Bereich von einem Zehntel bis zur Hälfte der Querschnittsfläche des Reaktors aufweist, und daß die Strahldüse oberhalb des oberen Endes des Leitrohrs, bevorzugt um ein Achtel des Leitrohrdurchmessers bis zu einem Leitrohrdurchmesser beabstandet, angeordnet ist oder in das Leitrohr, in eine Tiefe bis zu mehreren Leitrohrdurchmessern, eintaucht.

In einer Ausgestaltung sind im Ringraum Wärmetauscher eingebaut.

Es wurde demgemäß gefunden, daß die Stofftransport- und gegebenenfalls die Wärmetransportbegrenzung weitgehend bis vollständig ausgeschaltet wird, und daß somit die Gesamtreaktion rein kinetisch kontrolliert abläuft.

Die erfindungsgemäße Lösung, wonach der überwiegende Teil des Reaktionsgemisches in einer gerichteten internen Schlaufenströmung geführt und lediglich ein geringer Anteil des Reaktionsgemisches, der für den Antrieb der Schlaufenströmung notwendig ist, extern umgepumpt wird, ist energetisch vorteilhaft.

Dadurch, daß im gesamten Reaktorvolumen die Strömungsbedingungen eindeutig definiert sind, d. h. daß die für die Auslegung des Reaktors wichtigen Größen: Strömungsgeschwindigkeiten, Gasgehalte, Rückvermischung, Mischzeit und Verweilzeitverhalten ausreichend präzise erfaßt werden können, ist der erfindungsgemäße Reaktor unmittelbar scale-up-fähig.

Der Begriff Strahldüse bezeichnet in bekannter Weise ein sich in Strömungsrichtung verjüngendes Rohr; die Strahldüse kann als Dreistoff- oder Zweistoffdüse, gegebenenfalls mit Impulsaustauschrohr und Diffusor oder als Einstoffdüse ausgebildet sein.

Bei der Verwendung einer Einstoffdüse kann zusätzlich die Einleitung eines oder mehrerer gasförmiger Reaktanden in den Gasraum am Reaktorkopf oder über geeignete Vorrichtungen, bevorzugt über ein oder mehrere, insbesondere ein bis drei Ringrohre, mit einer Vielzahl von Öffnungen, insbesondere im unteren Reaktorbereich oder über die Reaktorhöhe verteilt, in den Ringraum zwischen Leitrohr und Reaktorinnenwand erfolgen. Die Gaszufuhr kann jedoch auch unterhalb der Prallplatte oder direkt in den Gasraum oberhalb der Einstoffdüse erfolgen. Der durch die Gasblasen

erzeugte Auftrieb unterstützt den Antrieb der internen Schlaufenströmung.

Der Abzug für das Reaktionsgemisch kann grundsätzlich auf jeder beliebigen Reaktorhöhe, bevorzugt im unteren Reaktorbereich, besonders bevorzugt am Boden des Reaktors angeordnet sein. Über den Abzug wird ein Teil des Reaktionsgemisches mittels einer Pumpe abgezogen und gegebenenfalls nach Abtrennung fester Anteile, insbesondere von suspendiertem Katalysator, beispielsweise in einem Querstromfilter, der Strahldüse im oberen Reaktorteil erneut zugeführt.

Der Begriff Leitrohr bezeichnet vorliegend ein im vertikalen zylindrischen Reaktor konzentrisch angeordnetes Innenrohr, das sich nahezu über die gesamte Reaktorlänge mit Ausnahme der Reaktorenden erstreckt. Das obere Leitrohr muß stets mit Flüssigkeit bedeckt sein, d. h. es muß sich unterhalb des oberen Gasabscheideraums befinden, wobei dieser erfindungsgemäß etwa 3 bis 15% des Gesamtvolumens des Reaktors, insbesondere 5 bis 7% des Gesamtvolumens des Reaktors einnimmt. Das obere Ende des Leitrohrs muß von der nach unten gerichteten und bevorzugt auf derselben Vertikalen wie das Leitrohr angeordneten Strahldüse beabstandet sein. Durch die relative Positionierung von Düse/Leitrohr und dem inneren Füllstand kann der Gasgehalt im Reaktionsgemisch eingestellt werden.

Die Strahldüse mündet bevorzugt im Bereich des Trennspiegels Gas-Flüssigkeit. In diesem Fall kann der Gasgehalt im Reaktionsvolumen durch Anheben oder Absenken des Innenstands in gewissen Grenzen verändert werden. Wird beispielsweise die Düse durch Anheben des Innenstands in die Flüssigkeit eingetaucht, so nimmt der Gasgehalt im Reaktionsgemisch kleinere Werte an, wogegen durch Absenken des Innenstands unterhalb der Mündung der Strahldüse größere Gasmengen in das Reaktionsvolumen angesaugt werden.

Das Leitrohr weist eine Querschnittsfläche bevorzugt im Bereich von einem Zehntel bis zur Hälfte der Querschnittsfläche des Reaktors auf. Das untere Ende des Leitrohrs endet im unteren Ende des Reaktorbereichs, bevorzugt im Bereich des zylindrischen Endes des Reaktors.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform ist im Ringraum zwischen Leitrohr und Reaktorinnenwand ein Wärmetauscher, insbesondere ein Wärmetauscher mit zwischen Böden eingeschweißten Wärmetauscherrohren, die vorzugsweise parallel zum Leitrohr angeordnet sind, integriert. Diese Ausführungsform, die besonders für Reaktionen mit großer Wärmetönung interessant ist, gewährleistet eine hohe Isothermie des Reaktors, d. h. einen sehr kleinen Temperaturgradienten über die Reaktorhöhe, da die Reaktionswärme am Ort ihrer Entstehung abgeführt wird. Zudem ist die Sicherheit des Verfahrens gegenüber einer Kühlung im äußeren Kreislauf verbessert, da die Reaktorkühlung auch dann noch funktioniert, wenn die Pumpe für den äußeren Kreislauf ausfällt. Bei Ausfall der Kühlwasserversorgung funktioniert die Kühlung noch bis zur Verdampfung des gesamten Kühlwassers in den Wärmetauscherrohren.

Es ist jedoch auch möglich, in den Ringraum Wärmetauscher von anderer Bauform, insbesondere Fieldrohr-Wärmetauscher, zu integrieren.

Der Reaktor weist in bevorzugter Weise einen Schlankheitsgrad, d. h. ein Verhältnis von Länge (l) zu Durchmesser (d), von 3 bis 10, bevorzugt von 6 bis 10, auf. Der Reaktor kann mit diesem hohen Schlankheitsgrad aufgrund der gerichteten internen Schlaufenströmung gebaut werden. Als Folge des hohen Schlankheitsgrades kann der Gasgehalt im Reaktionsvolumen bereits durch kleine Änderungen des Flüssigkeitsinnenstands im Reaktor verändert werden, weil dadurch die relative Positionierung von Strahldüse und Gas-

Flüssigkeits-Trennspiegel verändert wird.

Das Verhältnis des Durchmesser von Leitrohr und Reaktor liegt bevorzugt im Bereich von 0,25 bis 0,5, besonders bevorzugt im Bereich von 0,28 bis 0,33.

In bevorzugter Weise ist im unteren Reaktorbereich, unterhalb des unteren Endes des Leitrohrs, von diesem bevorzugt um einen bis zwei Leitrohrdurchmesser beabstandet, im wesentlichen senkrecht zum Leitrohr, eine Prallplatte angeordnet. Die Prallplatte ist bevorzugt scheibenförmig ausgebildet, mit einem Durchmesser größer als der Durchmesser des Leitrohrs und kleiner als der Innendurchmesser des Reaktors und mit einer Dicke, die durch die mechanische Festigkeit des bevorzugt metallischen Werkstoffs bestimmt ist, d. h. im Bereich von etwa 5–10 mm. Die Prallplatte hat neben der Funktion der Strömungsumkehr die Aufgabe, zu verhindern, daß Gasblasen in den äußeren Kreislauf mitgegeben werden und die Pumpe beschädigen.

Erfindungsgemäß wird auch ein kontinuierliches Verfahren zur Durchführung von Gas-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen wie in einem vorstehend beschriebenen Reaktor zur Verfügung gestellt, wobei der überwiegende Teil des Reaktionsgemisches, entsprechend dem 2- bis 30-fachen, bevorzugt dem 5- bis 10-fachen des Volumenstroms des extern umgepumpten Reaktionsgemisches in einer internen Schlaufenströmung das Leitrohr von oben nach unten und den Ringraum zwischen Leitrohr und Reaktorinnenwand von unten nach oben durchströmt. Die interne Schlaufenströmung bezeichnet vorliegend einen Kreislauf des Reaktionsgemisches innerhalb des Reaktors; sie wird durch den Flüssigkeitsstrahl angetrieben, den die im oberen Reaktorbereich angeordnete, nach unten gerichtete Strahldüse erzeugt. Dieser nach unten gerichtete Flüssigkeitsstrahl erzeugt eine Abwärtsströmung im Leitrohr, die nach Verlassen des Leitrohrs im unteren Reaktorbereich umgelenkt wird und im Ringraum zwischen Leitrohr und Reaktorinnenwand nach oben gerichtet ist. Am oberen Ende des Leitrohrs wird die Flüssigkeit durch den Antriebsstrahl erneut angesaugt, mit diesem vermischt und wieder nach unten gelenkt. Die Schlaufenströmung kann durch die Zugabe von einem oder mehreren gasförmigen Reaktanden in den Ringraum zwischen Leitrohr und Reaktorinnenwand durch Ausnutzung der Gasauftriebskraft unterstützt werden.

Durch den Flüssigkeitsstrahl wird das in der Zweiphasenströmung in Form von Gasblasen vorhandene zirkulierende Gas am oberen Ende des Leitrohrs, in der Nähe der Strahldüse, dispergiert, wodurch sehr hohe Stoffübergangskoeffizienten und volumenspezifische Phasengrenzflächen erreicht werden. Weiterhin wird durch den Flüssigkeitsstrahl das Gas aus dem Gasabscheideraum im oberen Reaktorteil angesaugt und dispergiert.

Die Vorrichtung und das Verfahren gemäß der Erfindung sind für insbesondere stark exotherme Gas-Flüssig-, Flüssig-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen, vorzugsweise für suspensionskatalysierte Hydrierungen, organische Oxidierungen, Ethoxilierungen, Propoxilierungen oder Al-dolkondensationen geeignet.

Die Anwendung des Verfahrens und der Vorrichtung gemäß der Erfindung auf die obengenannten Reaktionen ermöglicht bessere Raumzeitausbeuten, mildere Reaktionsbedingungen, insbesondere bezüglich des Druckes sowie gegebenenfalls der Temperatur, verminderte Reaktionsvolumen; niedrigere Fertigungskosten durch Energiesparung, gegebenenfalls niedrigere Investitionskosten sowie verbesserte Sicherheitsaspekte.

Die Erfindung wird im folgenden anhand einer Figur und eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Die einzige Figur zeigt einen Längsschnitt durch einen erfindungsgemäßen Reaktor 1 mit einer Strahldüse 2 im obe-

ren Reaktorbereich, über die die Edukte und das Reaktionsgemisch zugeführt werden sowie mit in einem Abzug 3 im unteren Reaktorbereich, über den das Reaktionsgemisch in einem äußeren Kreislauf mittels einer Pumpe P der Strahldüse 2 erneut zugeführt wird. Im Reaktor 1 ist ein konzentrisches Leitrohr 4 angeordnet, das sich über den größten Teil der Reaktorlänge, mit Ausnahme der Reaktorenden, erstreckt. Die Figur zeigt unterhalb des unteren Endes des Leitrohres 4 eine Prallplatte 7, die bevorzugt vorgesehen sein kann. Ebenso ist bevorzugt ein Wärmetauscher vorgesehen, der in der Figur als sogenannter Feldrohr-Wärmetauscher mit Zuführraum 5 und Abführraum 5' für das Kühlmittel K sowie mit Wärmetauscherrohren 6 dargestellt ist. Gemäß einer weiter bevorzugten Ausführungsform kann der Wärmetauscher in Form von zwischen Böden eingeschweißten Wärmetauscherrohren, die bevorzugt parallel zum Leitrohr 4 angeordnet sind, ausgebildet sein.

Ausführungsbeispiel

In einem Reaktor gemäß Fig. 1 mit einem Reaktionsvolumen von etwa 0,05 m³, der mit 36 parallel angeordneten Feldrohren versehen ist, die insgesamt eine Kühlfläche von etwa 2,5 m² aufweisen und in die ein Kühlwasserstrom von etwa 1 m³/h und einer Temperatur von etwa 35°C eingeleitet wird, werden mittels einer Dosierpumpe 30,3 kg/h Propionaldehyd bei 75°C in ein schnell fließendes Gemisch aus etwa 84% Propionsäure, circa 15% Propionaldehyd und maximal 1% Nebenprodukte, insbesondere organische Säuren und Alkohole, eingebracht. Durch gleichzeitiges Einleiten von 31 Nm³/h Luft wird im Reaktor ein Druck von 23 bar eingestellt. Zur Aufrechterhaltung der Schlaufenströmung wird im externen Produktkreislauf ein Volumenstrom von 2,5 m³/h umgewälzt. In der Strahldüse herrscht ein Druck von rund 3 bar über Reaktordruck, der spezifische Leistungseintrag beträgt etwa 5 kW/m³.

Die Reaktion verläuft unter nahezu isothermen Bedingungen, da die Reaktionswärme am Ort ihrer Entstehung abgeführt wird. Die maximale Reaktionstemperatur im unteren Drittel des Reaktors beträgt 76°C.

Ein Teilstrom von 38,8 kg/h des Reaktionsgemisches mit 84% Propionsäure, circa 15% Propionaldehyd und weniger als 1% Nebenprodukten, insbesondere organische Säuren und Alkoholen, wird kontinuierlich abgezogen. Dies entspricht einer Raumzeitausbeute von 650 kg/m³h. Der nicht umgesetzte Propionaldehyd kann thermisch, insbesondere destillativ abgetrennt oder in einer Kaskade von zwei hintereinander geschalteten erfindungsgemäßen Reaktoren unter zusätzlicher Verwendung eines Reaktionsrohres weiter abgereagiert werden. Der Gesamtumsatz an Propionaldehyd beträgt bei Verwendung einer Kaskade von zwei erfindungsgemäßen Reaktoren 98,7% bei einer Selektivität von ca. 96%.

Patentansprüche

1. Reaktor (1) in hochzylindrischer Bauform zur kontinuierlichen Durchführung von Gas-Flüssig-, Flüssig-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen, mit einer im oberen Reaktorbereich angeordneten, nach unten gerichteten Strahldüse (2), über die die Edukte und das Reaktionsgemisch zugeführt werden sowie mit einem Abzug (3) bevorzugt im unteren Reaktorbereich, über den das Reaktionsgemisch in einem äußeren Kreislauf mittels einer Pumpe (P) der Strahldüse (2) erneut zugeführt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß im Reaktor (1) ein konzentrisches Leitrohr (4) angeordnet ist, das sich im wesentlichen über die gesamte Länge des Reaktors (1) mit Ausnahme der Reaktorenden erstreckt

und eine Querschnittsfläche im Bereich von einem Zehntel bis zur Hälfte der Querschnittsfläche des Reaktors (1) aufweist und daß die Strahldüse (2) oberhalb des oberen Endes des Leitrohres (4), bevorzugt um ein Achtel des Leitrohrdurchmessers bis zu einem Leitrohrdurchmessers beabstandet, angeordnet ist oder in das Leitrohr (4), in eine Tiefe bis zu mehreren Leitrohrdurchmessern, eintaucht.

2. Reaktor (1) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Strahldüse (2) als Einstoffdüse ausgebildet ist und daß gegebenenfalls zusätzlich eine Vorrichtung für die Zuführung von einem oder mehreren gasförmigen Reaktanden, bevorzugt ein oder mehrere, insbesondere ein bis drei Ringrohre, mit einer Vielzahl von Öffnungen, insbesondere im unteren Reaktorbereich oder über die Reaktorhöhe verteilt, in den Ringraum zwischen Leitrohr (4) und Reaktorinnenwand, vorgesehen ist (sind).

3. Reaktor (1) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Strahldüse (2) als Dreistoff- oder Zweistoffdüse ausgebildet ist.

4. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß in den Ringraum ein Wärmetauscher, insbesondere ein Wärmetauscher mit zwischen Böden (5) eingeschweißten Wärmetauscherrohren (6), die vorzugsweise parallel zum Leitrohr angeordnet sind, integriert sind.

5. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet durch einen Schlankheitsgrad l/d von drei bis zehn, bevorzugt von sechs bis zehn.

6. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis der Durchmesser von Leitrohr (4) und Reaktor (1) im Bereich von 0,25 bis 0,5, besonders bevorzugt im Bereich von 0,28 bis 0,33, liegt.

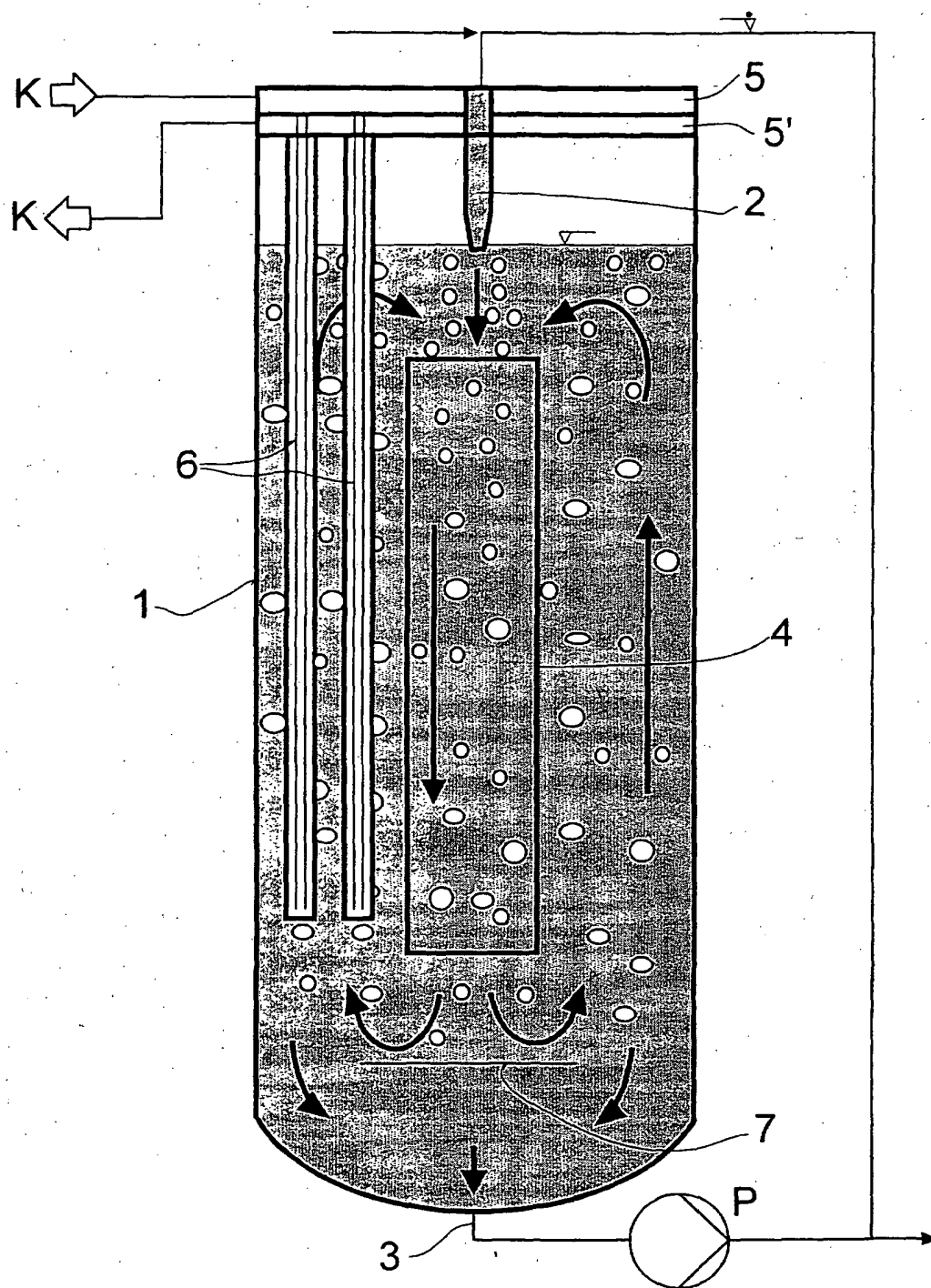
7. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche von 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß im Reaktorbereich unterhalb des unteren Endes des Leitrohres (4) eine Prallplatte (6), bevorzugt um einen Leitrohrdurchmesser beabstandet, angeordnet ist.

8. Kontinuierliches Verfahren zur Durchführung von Gas-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen in einem Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der überwiegende Teil des Reaktionsgemisches, entsprechend dem 2- bis 30-fachen, bevorzugt dem 5- bis 10-fachen des Volumenstroms des extern umgepumpten

Reaktionsgemisches in einer internen Schlaufenströmung des Leitrohres (4) von oben nach unten und den Ringraum zwischen Leitrohr (4) und Reaktorinnenwand von unten nach oben durchströmt.

9. Verwendung der Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7 oder des Verfahrens nach Anspruch 8 für insbesondere stark exotherme Gas-Flüssig- oder Gas-Flüssig-Fest-Reaktionen, vorzugsweise für Hydrierungen, Oxidierungen, Ethoxilierungen, Propoxilierungen, Hydroformylierungen oder Aldolkondensationen.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen



- Leerseite -